

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-293526  
 (43)Date of publication of application : 09.10.2002

(51)Int.Cl.

C01B 33/02  
 B22D 21/00  
 B22D 27/04  
 H01L 31/04

(21)Application number : 2001-096477  
 (22)Date of filing : 29.03.2001

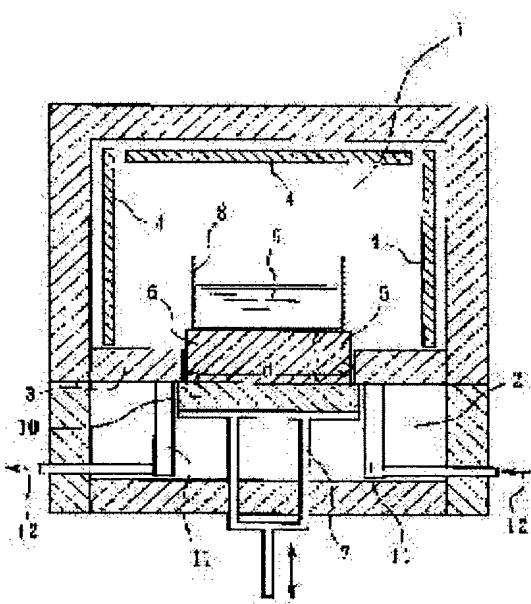
(71)Applicant : KAWASAKI STEEL CORP  
 (72)Inventor : HARA KAZUAKI  
 HANAZAWA KAZUHIRO  
 BABA HIROYUKI  
 YUSHIMO KENKICHI  
 HIWASA SHOICHI

## (54) PRODUCTION APPARATUS OF POLYCRYSTALLINE SILICON

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To propose a new production apparatus of polycrystalline silicon capable of controlling a solidification rate of molten silicon in a mold by radiating heat from the bottom of the molding.

**SOLUTION:** An upper chamber having a heater and a lower chamber having a cooler are separated by an insulation partition, and a mold stand is placed as moving up and down in a communicating opening of the upper chamber in which a part of the partition is opened, and the lower chamber, a cooling board is set up in the position which surrounds the elevating path of the stand in the lower chamber.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

## [Claim(s)]

[Claim 1] The manufacturing installation of the polycrystalline silicon characterized by to install a cooling plate in the location which arranges possible [rise and fall of the table of mold], and surrounds the rise-and-fall path of the above-mentioned table in a lower room, and to change in free passage opening of the up room and the lower room in which opening of some these septa carried out, and it formed while dividing with the septum by the heat insulator the up room which has a heating function, and the lower room which have a cooling function.

[Claim 2] It is the manufacturing installation of the polycrystalline silicon characterized by a table consisting of the quality of the material with high thermal conductivity in claim 1.

[Claim 3] The manufacturing installation of the polycrystalline silicon characterized by arranging a heat insulator in the base of a table in claims 1 or 2.

[Claim 4] The manufacturing installation of the polycrystalline silicon characterized by the thickness of a table being thicker than the thickness of a septum in claim 1 thru/or either of 3.

[Claim 5] the ratio of thickness t [ on claim 1 thru/or either of 4, and as opposed to the path d of a table ] —  $d/t = 5.0$  Manufacturing installation of the polycrystalline silicon characterized by being the following.

[Claim 6] The manufacturing installation of the polycrystalline silicon characterized by having arranged two or more thermometers for measuring this room temperature to the up interior of a room in claim 1 thru/or either of 5.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

#### [0001]

[The technical field to which invention belongs] This invention, It is related with the manufacturing installation of the polycrystalline silicon used for a solar battery etc.

#### [0002]

[Description of the Prior Art] As for the polycrystalline silicon mainly used for a solar battery, it is common to cool gradually the silicon which dissolved within mold from the pars basilaris ossis occipitalis of mold, and to be manufactured from a mold pars basilaris ossis occipitalis by the technique of carrying out one direction coagulation in the upper part.

[0003] for example, to JP,63-166711,A While a pars basilaris ossis occipitalis inserts in silicon in the mold which prepared the water-cooled chill plate possible [ rise and fall ] down the furnace which carried out opening, and has been arranged in a furnace and dissolves A water-cooled chill plate is raised to the base of mold, both are dropped with contact on mold and a water-cooled chill plate held, mold is moved out of a furnace, and the equipment which performs one direction coagulation of silicon here is indicated.

[0004] Here, since it is effective to offer the polycrystalline silicon which has a big diameter of crystal grain in order to raise the conversion efficiency of a solar battery, especially in the manufacture, to control a coagulation rate by adjustment of the amount of cooling from a mold pars basilaris ossis occipitalis appropriately is desired. However, since equipment given in the above-mentioned official report has the description in the place which mainly speeds up [ of an ingot / coagulation ], it is difficult for it to control a coagulation rate by adjustment of the amount of cooling delicately. Since cooling arises also from a mold side attachment wall here in order that a furnace wall without a heating element and a mold side attachment wall may face each other and heat balance especially collapses when mold is descended to the above-mentioned official report with the technique of a publication, control of a coagulation rate becomes very difficult. Therefore, it was difficult to avoid that a detailed organization generates so much near the mold pars basilaris ossis occipitalis.

[0005] In addition, as adjustment of the amount of cooling from mold, the quality of the material of a water-cooled chill plate can be chosen, or the means of arranging inclusion, such as a heat insulator for changing heat conduction between both between mold and a water-cooled chill plate, can be considered. However, since the former needs to change the quality of the material for every coagulation rate which carries out expected, it is very uneconomical, and it is difficult for the latter to control a coagulation rate on the other hand, since the thermal conductivity between mold and a water-cooled chill plate is easily changed with load fluctuation of mold, or use of multiple times.

[0006] Moreover, it becomes a problem that there is disadvantage to which the complicated activity of setting a thermocouple for every heat although installing a thermocouple in JP,10-130088,A at several places of the perimeter of an ingot, and controlling a coagulation rate is proposed is required, and a measurement error becomes large with the contact condition at the tip of a thermocouple or a location since the amount of cooling at the time of coagulation is still very smaller, and consumption of a thermocouple is also intense.

#### [0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Then, this invention solves many above-mentioned problems, and aims at what is proposed about the manufacturing installation of the polycrystalline silicon of new structure which can control the coagulation rate of the melting silicon in mold by cooling from the pars basilaris ossis occipitalis of mold appropriately.

#### [0008]

[Means for Solving the Problem] That is, the summary configuration of this invention is as follows.

(1) The manufacturing installation of the polycrystalline silicon characterized by to install a cooling plate in the location which arranges possible [ rise and fall of the table of mold ], and surrounds the rise-and-fall path of the above-mentioned table in a lower room, and to change in free passage opening of the up room and the lower room in which opening of some these septa carried out, and it formed while dividing with the septum by the heat insulator the up room which has a heating function, and the lower room which have a cooling function.

[0009] (2) Above (1) It is the manufacturing installation of the polycrystalline silicon which sets and is characterized by a table consisting of the quality of the material with high thermal conductivity.

[0010] (3) Above (1) Or (2) Manufacturing installation of the polycrystalline silicon characterized by having set and arranging a heat insulator in the base of a table.

[0011] (4) Above (1) Or (3) Manufacturing installation of the polycrystalline silicon characterized by the thickness of a table being thicker than the thickness of a septum in either.

[0012] (5) the above (1) Or (4) the ratio of thickness t [ on either and as opposed to the path d of a table ] —  $d/t = 5.0$  Manufacturing installation of the polycrystalline silicon characterized by being the following.

[0013] (6) Above (1) Or (5) Manufacturing installation of the polycrystalline silicon characterized by having arranged two or more thermometers for measuring this room temperature to the up interior of a room in either.

#### [0014]

[Embodiment of the Invention] Following, The manufacturing installation of this invention is explained to a detail with reference to a

drawing. That is, as the manufacturing installation of the polycrystalline silicon of this invention is shown in drawing 1 and drawing 2 , it has the two vertical structure divided with the heat insulator, and a batch changes by the septum 3 according that up room 1 and lower room 2 to a heat insulator.

[0015] The up room 1 offers the heater 4 installed along with the internal surface. For example, since the up room 1 of the example of illustration is a rectangular parallelepiped-like, it covers five internal surfaces except the septum 3 used as the base at a heater 4, respectively, and changes. At these heaters 4, the interior of a room can be heated and held in a desired temperature ambient atmosphere, and the dissolution of silicon can be aimed at.

[0016] Moreover, the septum 3 which constitutes the base of the up room 1 has mostly the free passage opening 5 of the up room 1 and the lower room 2 which carried out opening to the shape of a rectangle and which were prepared for a center section in the part and the example of illustration. The free passage opening 5 and a flat-surface configuration are almost equivalent, and to this free passage opening 5, the table 6 which is thick from a septum 3 is arranged, and the table 6 is supported possible [ rise and fall ] with the elevator 7 which is prolonged in the lower room 2 from the outside of equipment and which makes a motor and an oil hydraulic cylinder a driving source. And mold 8 is put on a table 6, mold 8 is arranged in the up room 1, and the silicon 9 inserted in in mold 8 is dissolved.

[0017] In addition, a table 6 is carbon with the high heat conductivity, and SiC. Or forming from ingredients, such as Cr, is desirable. What is necessary is just to be more than 40 kcal/m·h and \*\* as thermal conductivity. That is, in case cooling is carried out from the pars basilaris ossis occipitalis of mold 8 through a table 6, in order that it is necessary to perform cooling equally to mold 8 base, therefore a table 6 may achieve rectification-ization of cooling like the after-mentioned, the heat conductivity is high and it is desirable to constitute from an ingredient with heat-resistant high temperature which makes carbon the example of a type moreover.

[0018] Moreover, it is desirable that thickness t of a table 6 is thicker than the thickness of a septum 3. Because, in order to solidify dissolved silicon If the thickness of a table 6 is smaller than the thickness of a septum 3 the place which it is necessary to descend [ place ] a table 6 in the lower room 2, and needs to make the side-attachment-wall section 6a meet the below-mentioned cooling plate As a result of exposing mold 8 to the cooling region in the lower room 2 at the time of descent of a table 6 and also producing cooling from the side attachment wall of mold 8, it is because one direction coagulation becomes difficult. Therefore, it is necessary to make thickness t of a table 6 thicker than the thickness of a septum 3.

[0019] the ratio of thickness t [ as opposed to / similarly / the path d of a table 6 ] --- d/t --- 5.0 It is desirable that it is the following. That is, d/t is 5.0. If it surpasses, the rectification by the table at the time of cooling being carried out from a mold inferior surface of tongue will become inadequate. Consequently, a coagulation interface serves as a concave, the residual stress by the setting expansion of silicon arises from the heterogeneity of the last coagulation by ingot upper limit, and it becomes easy to generate a crack in an ingot. Therefore, it is d/t 5.0 Regulating below is desirable. In addition, the path d of a table 6 points out a projected area diameter, when a table is a rectangle-like, and when a table is a circle configuration, it points out the path.

[0020] Furthermore, since heat insulation between the up room 1 and the lower room 2 can be strengthened like the example of illustration when the table 6 is going up to the up room 1 side if a heat insulator 10 is arranged between a table 6 and an elevator 7, it is desirable.

[0021] On the other hand, a cooling plate 11 is installed in the location surrounding the rise-and-fall path of the above-mentioned table 6, and cooling of this rise-and-fall path is enabled at the lower room 2. \*\* --- since homogeneity cooling from mold 8 pars basilaris ossis occipitalis is realized through this table 6 by exposing a table 6 to the partition surrounded with the cooling plate 11 like, the structure as equipment is very simple, and since the maintenance of equipment is also easy, reduction of the cost which maintenance takes at a construction list is possible for it as well as control of a coagulation rate being easy.

[0022] In addition, what is necessary is just to form the cooling plate 11 with which in the case of the example of illustration the rise-and-fall path is surrounded since a table 6 is a rectangle over the 4th page so that the side face of a rectangular parallelepiped may be constituted. Therefore, if mold 8 and a table 6 are cylindrical, it is desirable to form a cooling plate 11 in the shape of a cylinder. In addition, the structure which lays piping of cooling water inside, for example, and carries out circulation supply of the cooling water 12 as a cooling plate 11 suits advantageously.

[0023] Furthermore, as for a cooling plate 11, it is desirable to make the inferior surface of tongue of a septum 3 contact, and to install. When a cooling plate 11 is contacted on the inferior surface of tongue of a septum 3, at the time of cooling from a table 6, \*\*\*\*\* becomes that heat leakage other than cooling plate 11 does not have less, and it is because the amount of cooling from silicon can be correctly grasped from the temperature and the flow rate of the cooling water which passes a cooling plate 11. If this amount of cooling can be grasped correctly, coagulation control of melting silicon can be performed with high precision, and a good ingot can be produced. Therefore, when a cooling plate 11 is difficult for contact arrangement with the inferior surface of tongue of a septum 3, even if it is, as for the clearance between both, controlling to 10mm or less is advantageous.

[0024] Next, the procedure at the time of manufacturing polycrystalline silicon using the manufacturing installation of this invention is explained concretely. First, as shown in drawing 1 , silicon 9 is dissolved by laying the mold 8 which inserted in silicon 9 on the table 6, and making temperature in the up room 1 higher than the melting point (about 1410 degrees C) of silicon. As for the temperature in the up room 1, it is desirable to control in the range higher enough than the melting point of silicon of 1450-1550 degrees C.

[0025] Here, if the crystalline structure becomes detailed in the polycrystalline silicon for solar batteries, it is common that a solar-battery property deteriorates remarkably, and the detailed crystalline structure 5mm or less especially has a harmful path. That is, once a path arises, by the time a detailed organization 5mm or less will turn into the usual diameter organization of a large drop, a detailed organization will generate even from a mold pars basilaris ossis occipitalis to the height range of several 10mm, and this range must be excised as a defect part.

[0026] Generation of a harmful detailed organization can be stopped in few range by making whenever [ this point and up room 1 internal-temperature / at the time of the silicon dissolution ] into 1450 degrees C or more. This is because coagulation begins from from and control of this early coagulation rate becomes difficult, immediately after whenever [ up room 1 internal-temperature / at the time of the silicon dissolution ] starts cooling of a mold pars basilaris ossis occipitalis at less than 1450 degrees C.

[0027] As a result of this silicon nitride's turning into silicon carbide and wettability with silicon becoming good on the other hand when applying silicon nitride to a mold wall as a remover first if whenever [ up room 1 internal-temperature / at the time of the silicon dissolution ] surpasses 1550 degrees C, there is a possibility that the function as a remover may disappear. Moreover, when a quartz is used for mold, there is a possibility that the deformation may surpass tolerance and it is not still more desirable from a viewpoint of

energy saving.

[0028] As it is shown in drawing 2 subsequently to 1420-1440 degrees C after adjusting the temperature in the up room 1 preferably if silicon 9 is dissolved according to the above Descend a table 6, expose side-attachment-wall 6a of a table 6 in the lower room 1, and the temperature in the up room 1 has been held in the 1420-1440-degree C temperature region. By cooling (a void-among drawing arrow head shows) from this side-attachment-wall 6a, mold 8 pars basilaris ossis occipitalis is cooled, and one direction coagulation of the melting silicon is carried out toward the upper part from mold 8 pars basilaris ossis occipitalis.

[0029] Here, it is desirable by making whenever [ after the silicon dissolution / up room 1 internal-temperature ] into 1420 degrees C or more to stop generation of a harmful detailed organization in few range. It is because the temperature gradient of the mold height direction of melting silicon becomes [ whenever / up room 1 internal-temperature / after the silicon dissolution ] small too much at less than 1420 degrees C and one direction coagulation becomes difficult.

[0030] On the other hand, if whenever [ after the silicon dissolution / up room 1 internal-temperature ] surpasses 1440 degrees C, the heat input from a mold side attachment wall will become large, the coagulation of the silicon by the side of a side attachment wall will be delayed, and a coagulation interface is not smooth, and a crack occurs [ as a result of becoming the convex type which swells in the center of mold, the last coagulation in an ingot edge becomes uneven, residual stress arises by the setting expansion of the silicon in this part, and ] immediately after the ejection after cutting or from mold.

[0031] Furthermore, it is advantageous to restrict [h] the temperature fall velocity in the up room 1 in 20 degrees C / or less from a viewpoint which controls generation of a harmful detailed organization in lowering the temperature in the up room 1 from the completion of the dissolution of silicon to a 1420-1440-degree C temperature region.

[0032] If a table 6 is descended after adjusting the temperature in the up room 1 to the range of 1420-1440 degrees C in this way, it will enable side-attachment-wall 6a of a table 6 to be exposed in the lower room 1 and to cool mold 8 pars basilaris ossis occipitalis by cooling from this side-attachment-wall 6a. That is, since initial coagulation is easily controllable by adjustment of the exposure product of side-attachment-wall 6a, generation of a harmful detailed organization can be controlled by it.

[0033] It hits descending a table 6 here and is the average lowering speed 1.0 mm/min It is desirable when controlling below controls generation of a harmful detailed organization. The amount of descent into the lower room 2 of a table 6 is 50-300mm in that case. Considering as the range is desirable from the same reason. Although descent of this table 6 can be performed by continuing or being intermittent with the elevators 7, such as an oil hydraulic cylinder, to the bottom of the above-mentioned suitable lowering speed and the amount of suitable descent, in the viewpoint of generation control of the further detailed organization to intermittence, it is desirable for the amount of descent not to surpass 5mm once.

[0034] In addition, what is necessary is just to apply to the manufacturing installation which showed the control system shown in drawing 3 to drawing 1 and drawing 2 , in order to control to the optimum range which mentioned above the temperature in the up room 1 and to control the amount of cooling from the table 6 in the lower room 2. Namely, as shown in drawing 3 , insert and arrange the thermocouple 13 of a number suitably near each heater 4, measure the ambient temperature in the up room 1 using these thermocouples 13, input that measurement result into a computing element 14, and it sets to this computing element 14. The result of having measured measurement temperature and desired laying temperature is seasoned with the heater print-out from ammeter 4a of each heater 4, and voltmeter 4b. The output adjustment value over each heater 4 is determined, this output adjustment value is outputted to the power source (not shown) of each heater 4 from a controller 15, output adjustment of each heater 4 is performed, and whenever [ up room 1 internal-temperature ] is controlled.

[0035] On the other hand, the amount of cooling from a table 6 can control the amount of cooling from a table 6 by measuring the temperature and the flow rate of cooling water 12 which are first supplied to a cooling plate 11 in thermometer 12a and flowmeter 12b, respectively, and adjusting the amount of descent and lowering speed of a table 6 in displacement gage 7a and motor 7b based on the result of having compared the measured value with the desired set point in the computing element 14.

[0036] In addition, although it carried out to dropping a table with the above-mentioned operation gestalt after adjusting the temperature of the up interior of a room from the range of 1450-1550 degrees C to the range of 1420-1440 degrees C, you may descend a table, adjusting the temperature of the up interior of a room. Moreover, although the ambient temperature of the up interior of a room is measured with the thermocouple with the above-mentioned operation gestalt, it is also possible to use a radiation thermometer.

[0037] Furthermore, although the above-mentioned operation gestalt showed the example which arranges one mold in an up room, it is good also as equipment which makes two or more ingots coincidence producible by arranging two or more mold to the up interior of a room, and performing the above-mentioned one direction coagulation combining the table which it goes up and down through free passage opening for every mold.

[0038]

[Effect of the Invention] Since suitable control of that coagulation rate is realized in case one direction coagulation of the melting silicon in mold is carried out by cooling from the pars basilaris ossis occipitalis of mold by using the equipment of this invention, when especially offering as a solar battery, the polycrystalline silicon of the quality which controlled generation of a fine crystal organization to the minimum, and was excellent which poses a problem can be manufactured. Moreover, since structure is simplified as compared with conventional equipment, that actuation and maintenance are easy for the equipment of this invention, and reduction of the cost which maintenance takes at a construction list is possible for it.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

### [Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is drawing showing the manufacturing installation of the polycrystalline silicon of this invention.

[Drawing 2] It is drawing showing actuation of the manufacturing installation of polycrystalline silicon.

[Drawing 3] It is drawing showing the control system in the manufacturing installation of the polycrystalline silicon of this invention.

### [Description of Notations]

1 Up Room

2 Lower Room

3 Septum

4 Heater

5 Free Passage Opening

6 Table

7 Elevator

8 Mold

9 Silicon

10 Heat Insulator

11 Cooling Plate

12 Cooling Water

13 Thermocouple

---

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-293526

(P2002-293526A)

(43)公開日 平成14年10月9日 (2002.10.9)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

C 0 1 B 33/02  
B 2 2 D 21/00  
27/04  
H 0 1 L 31/04

識別記号

F I

テマコード(参考)

C 0 1 B 33/02  
B 2 2 D 21/00  
27/04  
H 0 1 L 31/04

E 4 G 0 7 2  
Z 5 F 0 5 1  
F  
X

審査請求 未請求 請求項の数 6 ○L (全 6 頁)

(21)出願番号

特願2001-96477(P2001-96477)

(22)出願日

平成13年3月29日 (2001.3.29)

(71)出願人 000001258

川崎製鉄株式会社

兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

(72)発明者 原 一晃

岡山県倉敷市水島川崎通1丁目(番地なし) 川崎製鉄株式会社水島製鉄所内

(72)発明者 花澤 和浩

岡山県倉敷市水島川崎通1丁目(番地なし) 川崎製鉄株式会社水島製鉄所内

(74)代理人 100072051

弁理士 杉村 興作 (外1名)

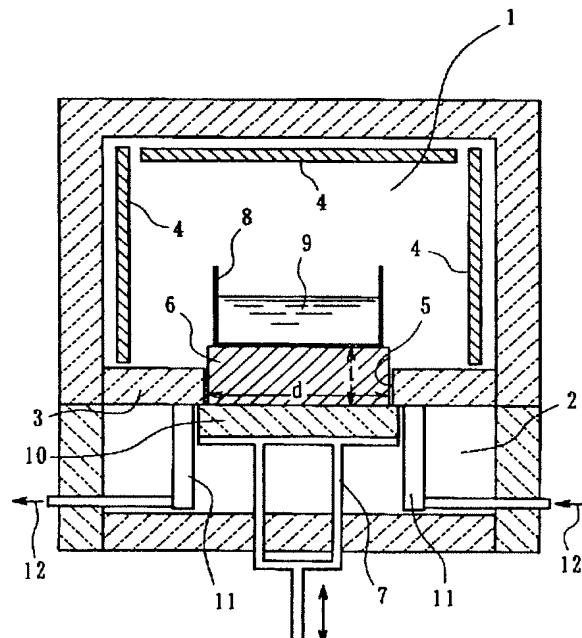
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 多結晶シリコンの製造装置

(57)【要約】

【課題】 鋳型の底部からの抜熱によって鋳型内の溶融シリコンの凝固速度を適切に制御することができる、新規な構造の多結晶シリコンの製造装置について提案する。

【解決手段】 加熱機能を有する上部室と、冷却機能を有する下部室とを、断熱材による隔壁で仕切るとともに、該隔壁の一部を開口して設けた上部室と下部室との連通口内に鋳型の置台を昇降可能に配置し、下部室における上記置台の昇降経路を囲む位置に冷却板を設置する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 加熱機能を有する上部室と、冷却機能を有する下部室とを、断熱材による隔壁で仕切るとともに、該隔壁の一部を開口して設けた上部室と下部室との連通口内に鋳型の置台を昇降可能に配置し、下部室における上記置台の昇降経路を囲む位置に冷却板を設置して成ることを特徴とする多結晶シリコンの製造装置。

【請求項2】 請求項1において、置台は熱伝導率の高い材質から成ることを特徴とする多結晶シリコンの製造装置。

【請求項3】 請求項1または2において、置台の底面に断熱材を配設したことを特徴とする多結晶シリコンの製造装置。

【請求項4】 請求項1ないし3のいずれかにおいて、置台の厚さが隔壁の厚さよりも厚いことを特徴とする多結晶シリコンの製造装置。

【請求項5】 請求項1ないし4のいずれかにおいて、置台の径  $d$  に対する厚さ  $t$  の比  $d/t$  が5.0 以下であることを特徴とする多結晶シリコンの製造装置。

【請求項6】 請求項1ないし5のいずれかにおいて、上部室内に、該室温を測定するための複数の温度計を配置したことを特徴とする多結晶シリコンの製造装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明が属する技術分野】この発明は、太陽電池などに用いられる多結晶シリコンの製造装置に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】主に太陽電池に用いられる多結晶シリコンは、鋳型内で溶解したシリコンを鋳型の底部から徐々に冷却して、鋳型底部から上方に一方向凝固する手法によって製造されるのが一般的である。

【0003】 例えば、特開昭63-166711号公報には、底部が開口した炉の下方に昇降可能に水冷チルプレートを設け、炉内に配置した鋳型内にシリコンを装入して溶解するとともに、水冷チルプレートを鋳型の底面まで上昇させて、鋳型と水冷チルプレートとの接触を保持したまま両者を下降させて鋳型を炉外に移動し、ここでシリコンの一方向凝固を行う装置が、記載されている。

【0004】 ここで、太陽電池の変換効率を高めるには、大きな結晶粒径を有する多結晶シリコンを提供することが有効であるため、その製造においては、鋳型底部からの抜熱量の調整によって、特に凝固速度を適切に制御することが望まれる。しかしながら、上記公報に記載の装置は、主に鋳塊の凝固速度を速めるところに特徴があるから、抜熱量の調整によって凝固速度を微妙に制御することが難しい。とりわけ、上記公報に記載の技術では、鋳型を下降した際に、発熱体のない炉内壁と鋳型側壁とが向き合うため、ここで鋳型側壁からも抜熱が生じて熱バランスが崩れるため、凝固速度の制御は極めて難

しくなる。そのため、鋳型底部近傍に微細組織が多量に生成するのを回避することが困難であった。

【0005】 なお、鋳型からの抜熱量の調整として、水冷チルプレートの材質を選択したり、鋳型と水冷チルプレートとの間に両者間の熱伝導を変化させるための断熱材などの介在物を配置する、等の手段が考えられる。しかし、前者は所期する凝固速度毎に材質を変更する必要があるから極めて不経済であり、一方後者は鋳型の荷重変動や複数回の使用に伴って、鋳型と水冷チルプレートとの間の熱伝導率が容易に変動するため、凝固速度を制御することは難しい。

【0006】 また、特開平10-130088号公報には、インゴット周囲の数カ所に熱電対を設置して凝固速度を制御することが提案されているが、1ヒート毎に熱電対をセットするという煩雑な作業が必要であり、さらに凝固時の抜熱量は微少であるため、熱電対先端の接触状態や位置によって測定誤差が大きくなる不利があり、熱電対の損耗が激しいことも問題になる。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】そこで、この発明は、上記した諸問題を解消し、鋳型の底部からの抜熱によって鋳型内の溶融シリコンの凝固速度を適切に制御することが可能な、新規な構造の多結晶シリコンの製造装置について、提案することを目的とする。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】すなわち、この発明の要旨構成は、次のとおりである。

(1) 加熱機能を有する上部室と、冷却機能を有する下部室とを、断熱材による隔壁で仕切るとともに、該隔壁の一部を開口して設けた上部室と下部室との連通口内に鋳型の置台を昇降可能に配置し、下部室における上記置台の昇降経路を囲む位置に冷却板を設置して成ることを特徴とする多結晶シリコンの製造装置。

【0009】 (2) 上記(1)において、置台は熱伝導率の高い材質から成ることを特徴とする多結晶シリコンの製造装置。

【0010】 (3) 上記(1)または(2)において、置台の底面に断熱材を配設したことを特徴とする多結晶シリコンの製造装置。

【0011】 (4) 上記(1)ないし(3)のいずれかにおいて、置台の厚さが隔壁の厚さよりも厚いことを特徴とする多結晶シリコンの製造装置。

【0012】 (5) 上記(1)ないし(4)のいずれかにおいて、置台の径  $d$  に対する厚さ  $t$  の比  $d/t$  が5.0 以下であることを特徴とする多結晶シリコンの製造装置。

【0013】 (6) 上記(1)ないし(5)のいずれかにおいて、上部室内に、該室温を測定するための複数の温度計を配置したことを特徴とする多結晶シリコンの製造装置。

【発明の実施の形態】以下、この発明の製造装置について、図面を参照して詳細に説明する。すなわち、この発明の多結晶シリコンの製造装置は、図1及び図2に示すように、断熱材で区画された上下2室構造を有し、その上部室1と下部室2とを断熱材による隔壁3で仕切って成る。

【0015】上部室1は、その内壁面に沿って設置されるヒータ4をそなえる。例えば、図示例の上部室1は直方体状であるから、その底面となる隔壁3を除く5つの内壁面をそれぞれヒータ4で覆って成る。これらヒータ4によって、室内を所望の温度雰囲気に加熱、保持して、シリコンの溶解をはかることができる。

【0016】また、上部室1の底面を構成する隔壁3は、その一部、図示例ではほぼ中央部を、例えば矩形状に開口して設けた、上部室1と下部室2との連通口5を有する。この連通口5には、連通口5と平面形状がほぼ同等でかつ隔壁3よりも厚みのある置台6を配置し、置台6は装置外から下部室2内に延びる、モーターや油圧シリンダーを駆動源とする昇降機7によって、昇降可能に支持されている。そして、置台6に鋳型8を載せて鋳型8を上部室1内に配置し、鋳型8内に装入したシリコン9の溶解を行う。

【0017】なお、置台6は、熱伝導率の高い、カーボン、SiCまたはCrなどの材料から形成することが好ましい。熱伝導率としては、40kcal/m·h·°C以上あればよい。すなわち、後述のように、置台6を介して鋳型8の底部から抜熱する際に、鋳型8底面に対して抜熱を均等に行う必要があり、そのために置台6は抜熱の整流化を果たさなくてはならないため、熱伝導率が高く、しかも耐熱温度の高い、カーボンを典型例とする材料から構成することが好ましい。

【0018】また、置台6の厚さtが隔壁3の厚さよりも厚いことが好ましい。なぜなら、溶解したシリコンを凝固するには、置台6を下部室2内まで下降して、その側壁部6aを後述の冷却板と対面させる必要があるところ、隔壁3の厚みより置台6の厚みが小さいと、置台6の下降時に鋳型8が下部室2内の冷却域に晒されて、鋳型8の側壁からの抜熱も生じる結果、一方向凝固が難しくなるからである。従って、置台6の厚さtは隔壁3の厚さよりも厚くする必要がある。

【0019】同様に、置台6の径dに対する厚さtの比d/tが5.0以下であることが好ましい。すなわち、d/tが5.0をこえると、鋳型下面から抜熱される際、置台による整流作用が不十分となる。その結果、凝固界面が凹型となり、インゴット上端での最終凝固の不均一性からシリコンの凝固膨張による残留応力が生じ、インゴットにクラックが発生しやすくなる。従って、d/tを5.0以下に規制することが好ましい。なお、置台6の径dとは、置台が矩形状の場合は円相当径を指し、置台が円形状の場合はその径を指す。

【0020】さらに、図示例のように、置台6と昇降機7との間に断熱材10を配置すれば、置台6が上部室1側まで上昇している場合に、上部室1と下部室2との間の断熱を強化することができるため、好ましい。

【0021】一方、下部室2には、上記した置台6の昇降経路を囲む位置に、冷却板11を設置し、該昇降経路の冷却を可能とする。かように、冷却板11で囲まれた区画に置台6を露出することによって、この置台6を介して鋳型8底部からの均一冷却が実現するため、装置としての構造は極めて簡素であり、凝固速度の制御が容易であることは勿論、装置のメンテナンスも容易であるから、建造並びに維持に要するコストの低減が可能である。

【0022】なお、図示例の場合は、置台6が矩形であるから、その昇降経路を囲む冷却板11は、直方体の側面を構成するように4面にわたって設ければよい。従って、鋳型8や置台6が円筒状であれば、冷却板11を円筒状に設けることが好ましい。なお、冷却板11としては、例えば内部に冷却水の配管を敷設して冷却水12を循環供給する構造が有利に適合する。

【0023】さらに、冷却板11は隔壁3の下面に接触させて設置することが望ましい。なぜなら、冷却板11を隔壁3の下面に接触させると、置台6からの抜熱時、冷却板11以外への熱漏れがほとんどなくなり、シリコンからの抜熱量を、冷却板11を通過する冷却水の温度及び流量から正確に把握することができるからである。この抜熱量を正確に把握できれば、溶融シリコンの凝固制御を高精度に行って良質なインゴットを作製することができる。従って、冷却板11が隔壁3の下面との接触配置が難しい場合にあっても、両者間の隙間は10mm以下に抑制することが有利である。

【0024】次に、この発明の製造装置を用いて多結晶シリコンを製造する際の手順について、具体的に説明する。まず、図1に示すように、置台6上にシリコン9を装入した鋳型8を載置し、上部室1内の温度をシリコンの融点(約1410°C)より高くすることによって、シリコン9を溶解する。上部室1内の温度は、シリコンの融点よりも十分に高い、1450~1550°Cの範囲に制御することが好ましい。

【0025】ここで、太陽電池用多結晶シリコンでは、結晶組織が微細になると、太陽電池特性が著しく劣化するのが一般的であり、とりわけ径が5mm以下の微細な結晶組織が有害である。すなわち、径が5mm以下の微細組織が一旦生じると、通常の大粒径組織となるまでに、鋳型底部から数10mmの高さ範囲にまで微細組織が生成し、この範囲は不良部分として切除せざるを得なくなる。

【0026】この点、シリコン溶解時の上部室1内温度を1450°C以上にすることによって、有害な微細組織の生成を僅かな範囲に止めることができる。これは、シリコン溶解時の上部室1内温度が1450°C未満では、鋳型底部の冷却を開始した直後から凝固が始まり、この初期の凝

固速度の制御が難しくなるからである。

【0027】一方、シリコン溶解時の上部室1内温度が1550°Cをこえると、まず鋳型内壁に剥離剤として塗化珪素を塗布する場合に、この塗化珪素が炭化珪素となってシリコンとの濡れ性が良好になる結果、剥離剤としての機能が消失する、おそれがある。また、鋳型に石英を使用した場合は、その変形が許容範囲をこえる、おそれがあり、さらに省エネルギーの観点からも好ましくない。

【0028】上記に従ってシリコン9を溶解したならば、次いで上部室1内の温度を、好ましくは1420~1440°Cに調整してから、図2に示すように、置台6を下降して置台6の側壁6aを下部室1内に露出し、上部室1内の温度を1420~1440°Cの温度域に保持したまま、該側壁6aからの抜熱(図中白抜き矢印で示す)によって鋳型8底部を冷却し、溶融シリコンを鋳型8底部から上方へ向かって一方向凝固させる。

【0029】ここで、シリコン溶解後の上部室1内温度を1420°C以上にすることによって、有害な微細組織の生成を僅かな範囲に止めることができると好ましい。なぜなら、シリコン溶解後の上部室1内温度が1420°C未満では、溶融シリコンの鋳型高さ方向の温度勾配が小さくなりすぎて、一方向凝固が難しくなるからである。

【0030】一方、シリコン溶解後の上部室1内温度が1440°Cをこえると、鋳型側壁からの入熱が大きくなつて側壁側のシリコンの凝固が遅滞し、凝固界面が平滑でなく鋳型中央で膨らむ凸型になる結果、インゴット端部での最終凝固が不均一となり、この部分でのシリコンの凝固膨張により残留応力が生じ、切断後または鋳型からの取り出し直後にクラックが発生する。

【0031】さらに、有害な微細組織の生成を抑制する観点から、シリコンの溶解完了から上部室1内の温度を1420~1440°Cの温度域まで下げるに当り、上部室1内の温度降下速度を20°C/h以下に制限することが有利である。

【0032】かくして上部室1内の温度を1420~1440°Cの範囲に調整したのち置台6を下降すれば、置台6の側壁6aが下部室1内に露出され、該側壁6aからの抜熱によって鋳型8底部を冷却することが可能になる。すなわち、側壁6aの露出面積の調整により、初期凝固の制御を容易に行えるため、有害な微細組織の生成を抑制することができる。

【0033】ここで、置台6を下降するに当り、その平均下降速度を1.0 mm/min以下に制御することが、有害な微細組織の生成を抑制する上で好ましい。その際、置台6の下部室2内への下降量は、50~300mmの範囲とすることが、同様の理由から好ましい。この置台6の下降は、油圧シリンダー等の昇降機7によって、上記の好適下降速度、そして好適下降量の下に、連続または断続して行うことができるが、さらなる微細組織の生成抑制の観点から、断続の場合は一度の下降量が5mmをこえない

ことが望ましい。

【0034】なお、上部室1内の温度を上述した好適範囲に制御し、また下部室2における置台6からの抜熱量を制御するためには、例えば図3に示す制御系を、図1及び図2に示した製造装置に適用すればよい。すなわち、図3に示すように、各ヒータ4の近傍に適宜本数の熱電対13を差し込み配置し、これら熱電対13を利用して上部室1内の雰囲気温度を測定し、その測定結果を演算器14に入力し、この演算器14において、測定温度と所望の設定温度とを比較した結果に、各ヒータ4の電流計4a及び電圧計4bからのヒータ出力情報を加味して、各ヒータ4に対する出力調整値を決定し、この出力調整値をコントローラー15から各ヒータ4の電源(図示せず)に出力し、各ヒータ4の出力調整を行って、上部室1内温度を制御する。

【0035】一方、置台6からの抜熱量は、まず冷却板11へ供給する冷却水12の温度及び流量をそれぞれ温度計12a及び流量計12bにて測定し、その測定値を演算器14において所望の設定値と比較した結果に基づいて、変位計7a及びモータ7bにて置台6の下降量及び下降速度を調節することによって、置台6からの抜熱量を制御できる。

【0036】なお、上記の実施形態では、上部室内の温度を1450~1550°Cの範囲から1420~1440°Cの範囲へ調整した後、置台を下降させることとしたが、上部室内の温度を調整しながら置台を下降してもよい。また、上記の実施形態では、上部室内の雰囲気温度を熱電対で測定しているが、放射温度計を用いることも可能である。

【0037】さらに、上記の実施形態では、上部室に1つの鋳型を配置する例を示したが、複数の鋳型を上部室内に配置し、各鋳型毎に連通口を介して昇降する置台を組み合わせて、上記した一方向凝固を行うことによって、同時に複数のインゴットを作製可能とする装置としてもよい。

【0038】

【発明の効果】この発明の装置を用いることによって、鋳型の底部からの抜熱によって鋳型内の溶融シリコンを一方向凝固させる際に、その凝固速度の適切な制御が実現されるから、とりわけ太陽電池として供する場合に問題となる、微細結晶組織の生成を最小限に抑制して優れた品質の多結晶シリコンを製造することができる。また、この発明の装置は、従来の装置と比較して構造が簡素化されているため、その操作やメンテナンスが容易であり、建造並びに維持に要するコストの低減が可能である。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の多結晶シリコンの製造装置を示す図である。

【図2】多結晶シリコンの製造装置の動作を示す図である。

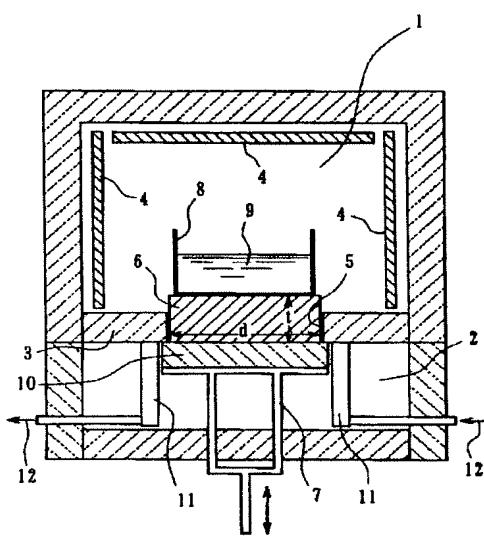
【図3】 この発明の多結晶シリコンの製造装置における制御系を示す図である。

【符号の説明】

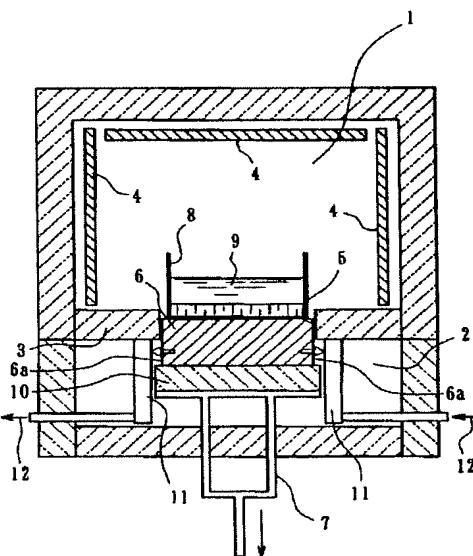
- 1 上部室
- 2 下部室
- 3 隔壁
- 4 ヒータ
- 5 連通口

- \* 6 置台
- 7 昇降機
- 8 鑄型
- 9 シリコン
- 10 断熱材
- 11 冷却板
- 12 冷却水
- \* 13 热電対

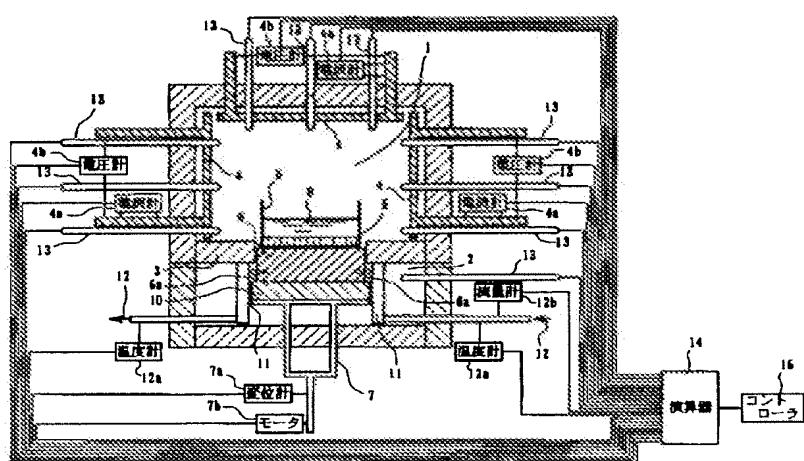
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 馬場 裕幸  
岡山県倉敷市水島川崎通1丁目（番地なし）川崎製鉄株式会社水島製鉄所内  
(72)発明者 湯下 審吉  
岡山県倉敷市水島川崎通1丁目（番地なし）川崎製鉄株式会社水島製鉄所内

(72)発明者 日和佐 章一  
岡山県倉敷市水島川崎通1丁目（番地なし）川崎製鉄株式会社水島製鉄所内  
F ターム(参考) 4G072 AA01 BB01 BB12 GG03 GG05  
HH01 LL03 NN02 QQ16 UU02  
5F051 AA03 CB05